

(54) DENTIFRICE

(11) 60-75411 (A) (43) 27.4.1985 (19) JP
 (21) Appl. No. 58-184117 (22) 1.10.1983
 (71) RAION K.K. (72) ISAO MINEMOTO(2)
 (51) Int. Cl⁸. A61K7/16//B65D35/28,B65D47/34

PURPOSE: To provide a dentifrice free from the honeycomb surface roughening, consistency change, etc., by filling a dentifrice composition compounded with a water-soluble inorganic salt and having extremely low dissipation of moisture, in a plastic container having high moisture permeability.

CONSTITUTION: A dentifrice composition compounded with preferably 1~20wt% (based on the whole composition) of a water-soluble inorganic salt such as barium acetate, barium chloride, barium hydroxide, calcium acetate, etc. is filled in a plastic container wherein at least the body part is formed to have a moisture permeability of $\geq 5\text{g/m}^2\cdot\text{day}\cdot 50\mu$, and further preferably an oxygen permeability of $\geq 50\text{cc}/100\text{inch}^2\cdot\text{mi}/\text{day}\cdot\text{atm}(25^\circ\text{C})$, to obtain the objective dentifrice. Preferably, the body part of the container is made of a polyolefin, and the top part is made of a polyester or polyamide.

(54) DENTIFRICE COMPOSITION

(11) 60-75412 (A) (43) 27.4.1985 (19) JP
 (21) Appl. No. 58-184118 (22) 1.10.1983
 (71) RAION K.K. (72) NAOJI FUKUCHI(3)
 (51) Int. Cl⁸. A61K7/16

PURPOSE: To provide a dentifrice composition having high shape-retainability even at a low viscosity, and improved stringiness, and extrudable easily from a pump-type container, by compounding a dentifrice with pyrogenetic ultrafine amorphous silica used as a binder.

CONSTITUTION: Pyrogenetic ultrafine silica powder (having an average diameter of the primary particle of preferably 5~50m μ , especially 5~20m μ) is used as a binder, and is added to a dentifrice in an amount of preferably $\geq 1\%$, especially 2~5% to obtain the objective dentifrice composition having a viscosity of ≤ 600 poise (preferably 200~500 poise). The composition is suitable to be used by filling in a vertical pump-type container.

(54) DENTIFRICE COMPOSITION

(11) 60-75413 (A) (43) 27.4.1985 (19) JP
 (21) Appl. No. 58-184119 (22) 1.10.1983
 (71) RAION K.K. (72) MAKOTO YOSHIE(3)
 (51) Int. Cl⁸. A61K7/16

PURPOSE: To provide a dentifrice composition having high shape-retainability even at a viscosity lower than a specific level and improved stringiness, extrudable easily with a pump-type container, and suitable for the use in a vertical pump-type container, by compounding a dentifrice with specific amounts of montmorillonite and abrasive.

CONSTITUTION: The objective dentifrice composition contains (A) 0.5~5wt%, preferably 1~30wt% (based on the whole composition) of a binder comprising a montmorillonite such as "VEEGUM HV®" (product of Vander Bild Inc.), etc., (B) 10~35wt%, preferably 15~25wt% (based on the whole composition) of an abrasive such as a silica-based abrasive, e.g. precipitated silica having a primary particle diameter of $\leq 500\mu\text{m}$ and the secondary particle diameter of 1~30 μ , and if necessary, (C) a surface active agent, a sweetener, a perfume, a preservative, etc. The viscosity of the composition is adjusted to ≤ 600 poise, preferably 200~500poise (measured by the BH-type viscometer at 25°C).

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭60-75413

⑪ Int.Cl.⁴
A 61 K 7/16

識別記号 庁内整理番号
6675-4C

⑬ 公開 昭和60年(1985)4月27日

審査請求 有 発明の数 1 (全7頁)

⑭ 発明の名称 歯磨組成物

⑮ 特 願 昭58-184119

⑯ 出 願 昭58(1983)10月1日

⑰ 発 明 者	吉 江	誠	横浜市港北区箕輪町320
⑰ 発 明 者	市 川	博 通	松戸市日暮834-7
⑰ 発 明 者	筒 井	龍 彦	船橋市行田町15-2
⑰ 発 明 者	福 地	直 二	市川市大洲1-14
⑰ 出 願 人	ライオン株式会社		東京都墨田区本所1丁目3番7号
⑰ 代 理 人	弁理士 小島 隆司		

明 細 書

1. 発明の名称

歯磨組成物

2. 特許請求の範囲

- 1 粘度を600ポイズ以下に形成すると共に、モンモリロナイトを全体の0.5～5重量%及び研磨剤を全体の10～35重量%配合してなることを特徴とする歯磨組成物。
- 2 粘度が200～500ポイズである特許請求の範囲第1項記載の歯磨組成物。
- 3 研磨剤がシリカ系研磨剤である特許請求の範囲第1項又は第2項記載の歯磨組成物。
- 4 堅型ポンプ式容器に収容した特許請求の範囲第1項乃至第3項いずれか記載の歯磨組成物。

3. 発明の詳細な説明

本発明は堅型ポンプ式容器に収容されて使用するのに適した歯磨組成物に関し、更に詳述するとモンモリロナイト及び研磨剤を特定量配合することにより、粘度を600ポイズ以下の低粘度に形

成しても保型性が良く、しかも曳糸性が改善され、ポンプ式容器からの押し出し易さの良好な歯磨組成物に関する。

従来より、練歯磨は一般にチューブに収容して使用されており、チューブからの押し出し易さ、更には歯ブラシへの乗せ易さ、保型性、曳糸性等の点からその粘度を通常600～900ポイズに形成していた。

しかしながら、最近において、プッシュボタン等の押圧操作部を押すだけで練歯磨を取り出すことができるようにした各種の堅型ポンプ式容器が提案されており(例えば、実開昭54-34641、実開昭55-38783、特開昭57-68367、同68368等)、これらのポンプ式容器に練歯磨を収容して使用することが望まれているが、従来の練歯磨処方では粘度が高すぎ、ポンプ式容器に収容、使用するには適していない。

即ち、本発明者らの検討によれば、堅型ポンプ式容器用の練歯磨としては、容器の構造上、押し出し性を良好にするためにその粘度が600ポイ

ズ以下、特に200～500ボイズであることが好ましく、しかもこのように低粘度であるにもかかわらず、歯ブラシに乗せたときに型くずれのない優れた保型性を有していると共に、曳糸現象がなく、曳糸性が優れていることが要求されるものであるが、従来の高粘度の練歯磨処方では高粘度であるために使用し得ないものであり、また単に粘度を600ボイズ以下にしただけでは保型性が悪く、歯ブラシに乗せたときに容易に流れてしまうものであり、かつ曳糸性の悪いものであつた。

このため、本発明者らは堅型ポンプ式容器に収容し、使用するのに適した歯磨組成物につき鋭意研究を行なつた結果、歯磨組成物をポンプ式容器から押し出し易い600ボイズ以下、より好ましくは200～500ボイズの粘度に形成すると共に、モンモリロナイト及び研磨剤を特定量配合することにより、上記目的が効果的に達成されることを知見した。

即ち、本発明者らは、カルボキシメチルセルロースナトリウムやカラゲナン等を用いて歯磨組成

物、かつ曳糸性が改善され、ポンプ式容器に収容されて好適に用いられる歯磨が得られるということは本発明者らの新知見である。

以下、本発明につき詳しく説明する。

本発明の歯磨組成物は、研磨剤、粘稠剤、粘結剤、更に必要により界面活性剤、甘味剤、香料、防腐剤、各種有効成分、その他の成分を使用し、粘度600ボイズ以下、より好ましくは200～500ボイズ（なお、粘度はBH型粘度計を使用し、25℃で測定したときの値を示す）に調製したものであるが、この場合本発明においては粘結剤としてモンモリロナイトを0.5～5%使用すると共に、研磨剤を10～35%配合したものである。

ここで、モンモリロナイト（ケイ酸アルミニウム）としては、例えばパンダービルド社製のVEEGUM®、国峰鉱化社製のクニピア®、富士化学工業社製のノイシリンUFL-2®等が好適に用いられる。

なお、モンモリロナイトの配合量は上述したよ

物の保型性を確保しようとしても、600ボイズ以下の低粘度では保型性が悪く、歯ブラシに乗せたときに型が保てず、容易に流れてしまうものであると共に、曳糸性が悪いものであるが、モンモリロナイトを組成物全体の0.5～5%（重量%、以下同じ）及び研磨剤を組成物全体の10～35%配合することにより、歯磨組成物を600ボイズ以下の低粘度に形成しても保型性が良好で、容器から取り出して歯ブラシに乗せたときに型くずれがせず、かつ曳糸現象がないため練切れが良く、従つて低粘度の堅型ポンプ式容器用の練歯磨組成物としてはモンモリロナイトを用いて保型すると共に、研磨剤を特定量使用したものが有効であることを知見し、本発明をなすに至つたものである。

なお従来、モンモリロナイトを歯磨組成物に配合することは知られている（特公昭54-31048号）が、これは通常の粘度の高い歯磨に水溶性フッ素化合物と組合せて配合するもので、低粘度の歯磨に特定量の研磨剤と組合せて配合すること、これにより低粘度であるにもかかわらず保型性が

りに組成物全体の0.5～5%であるが、好ましくは1～30%である。モンモリロナイトの配合量が0.5%より少ないと増粘効果及び保型性が充分に発揮されず、また5%より多いと粉っぽさが生じ、使用感が低下する。

本発明においては、粘結剤としてモンモリロナイトに加えて更に他の粘結剤、例えばカルボキシメチルセルロースアルカリ金属塩、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、カルボキシメチルヒドロキシエチルセルロースナトリウムなどのセルロース誘導体、アルギン酸ナトリウムなどのアルカリ金属アルギネート、アルギン酸プロピレングリコールエステル、カラゲナン、キサンタンガム、トラガカントガム、カラヤガム、アラビアガムなどのガム類、ポリビニルアルコール、ポリアクリル酸ナトリウム、カルボキシビニルポリマー、ポリビニルピロリドンなどの合成粘結剤、アルミニウムシリカゲル、ラボナイトなどの無機粘結剤等の1種又は2種以上を配合することができる。

この場合、後述する粘稠剤を高濃度、特に組成物全体の10%以上、望ましくは30~75%を配合して流動性の良好な歯磨組成物を得ることができるが、このような流動性の良好な粘稠剤高配合歯磨組成物を調製するに際しては、モンモリロナイトと共にカルボキシメチルセルロースナトリウム等のカルボキシメチルセルロースアルカリ金属塩を望ましくは0.1~2%、特に0.5~1.2%配合することが好ましく、これに粘稠剤高配合量歯磨組成物の曳糸性及び液分離をより改善することができる。

本発明の歯磨組成物には、上述したように研磨剤を配合するものであるが、この場合、研磨剤としては第2リン酸カルシウム・2水和物及び無水物、第1リン酸カルシウム、第3リン酸カルシウム、炭酸カルシウム、ピロリン酸カルシウム、硫酸カルシウム、酸化チタン、アルミナ、水和アルミナ、沈降性シリカや無水アルカリ金属ケイ酸塩錯塩などのシリカ系研磨剤、ケイ酸アルミニウム、不溶性メタリン酸ナトリウム、不溶性メタリン酸

7

~10%、好ましくは0~5%、付着水分含量(乾燥減量)1~10%のもので、平均粒径0.5~30 μ 、より好ましくは1~15 μ 、1 μ 当りの比表面積(BET法)300 m^2 以下、より好ましくは300 m^2 以下、屈折率1.44~1.47、吸液量0.6~1.3cc/ μ の性状のものが好ましく用いられる。具体的には、米国Huber社のZeo 49、Zeodent 113、米国W. R. Grace社のSylloid AL-1、63、74、404、英国J. Crossfield & Sons社のNeosyl. ET、ドイツDegussa社のSident 3、20等が挙げられる。本発明ではこれらシリカ系研磨剤が有効成分等の安定性の点から有効に使用される。

なお、研磨剤の配合量は上述したように組成物全体の10~35%、より好ましくは15~25%である。研磨剤配合量が10%より少ないと成型性が低く、研磨性が劣り、また研磨剤配合量が35%より多いと粘度が高くなりすぎて、押し出し性が悪くなり、いずれも本発明の目的を達成し得ない。

9

カリウム、第3リン酸マグネシウム、炭酸マグネシウム、ペントナイト、ケイ酸ジルコニウム、合成樹脂等が挙げられ、これらの1種又は2種以上を配合し得る。

なお、シリカ系研磨剤としては、例えば特開昭49-91994号公報、特開昭49-94712号公報、特開昭50-64198号公報、特開昭50-65497号公報、特開昭51-928695号公報、特開昭51-136841号公報、および特公昭54-4919号公報等に記載されたものが用いられる。

更に具体的に例示すると、Zeodent[®]、Zeo[®]、Sident[®]の商標で販売されている一次粒子が500 nm 以下で二次粒子が1~30 μ である沈降性シリカやシリカキセロゲル、シリカエーロゲル等が使用し得る。この場合、沈降性シリカが特に好適に用いられ、 SiO_2 含量70%以上、好ましくは90%以上、アルカリ・アルカリ土類金属酸化物含量0~5%、 SiO_2 に対するアルミニウム、マグネシウム、カルシウム等の金属の酸化物の結合量0

8

ここで本発明のその他の成分を例示すると、粘稠剤としては、ソルビット、グリセリン、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、キシリット、マルチット、ラクチット等が挙げられ、これらの1種又は2種以上を配合し得る(配合量通常10~75%)。

また、界面活性剤としては、ラウリル硫酸ナトリウム、ミリスチル硫酸ナトリウム等のアルキル基の炭素数が8~18である高級アルキル硫酸エステルの水溶性塩、水素化ヤシ油脂肪酸モノグリセリドモノ硫酸ナトリウム等の水溶性の高級脂肪酸モノグリセリドモノ硫酸塩、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム等のアルキルアリースルホン酸塩、高級アルキルスルホン酸塩、1,2-ジヒドロキシプロパンスルホン酸塩の高級脂肪酸エステル、N-ラウロイル、N-ミリスチル又はN-パルミトイルザルコシンのナトリウム、カリウム又はエタノールアミン塩等の低級脂肪酸アミノカルボン酸化合物の実質的に飽和の高級脂肪酸

10

アシルアミドなどのアニオン活性剤、シロ糖モノ及びジラウレート等の脂肪酸基の炭素数が12～18であるシロ糖脂肪酸エステル、ラクトース脂肪酸エステル、ラクチール脂肪酸エステル、マルチール脂肪酸エステル、ステアリン酸モノグリセライド、ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート、ポリオキシエチレン(10, 20, 40, 60, 80, 100モル)硬化ヒマシ油、エチレンオキサイドとプロピレンオキサイドの重合物及びポリオキシエチレンポリオキシプロピレンモノラウリルエステル等のポリエチレンオキサイドと脂肪酸、脂肪アルコール、多価アルコール及びポリプロピレンオキサイドとの縮合生成物などのノニオン活性剤、ペタイン型、アミノ酸型などの両性活性剤が挙げられ、これらの1種または2種以上の界面活性剤(配合量通常0～7%、好ましくは0.5～5%)を配合し得るほか、サツカリナトリウム、ステビオサイド、ネオヘスペリジルジヒドロカルコン、グリチルリチン、ペリラ

11

リウム、モノフルオロリン酸カリウムなどのアルカリ金属モノフルオロホスフェート、フッ化ナトリウム、フッ化アンモニウム、フッ化第1錫等のフッ化物、クロルヘキシジン塩類、ジヒドロコレステロール、グリチルレチン塩類、グリチルレチン酸、グリセロホスフェート、クロロフィル、カロベプタイド、水溶性無機リン酸化合物、ビタミン類、歯石防止剤、抗菌剤、歯垢阻止剤等の有効成分を1種又は2種以上配合し得る。

本発明に係る歯磨組成物は、モンモリロナイトを0.5～5%、研磨剤を10～35%使用すると共に、上述した適宜な成分を使用し、粘度600ポイズ以下に調製するものであるが、押し出し性良好であり、しかも粘度が低いにもかかわらず、良好な保型性を有し、曳糸性が改善されたものであるため、プッシュボタン等の押圧操作部を押すことにより、内容物が押圧されて内容物出口から押し出されるタイプの堅型ポンプ式容器に収容されて使用することができるものである。

なお、このようなポンプ式容器としては、実開

13

ルチン、タウマチン、アスパラチルフェニルアラニンメチルエステル、p-メトキシシンナミックアルデヒド、シロ糖、乳糖、果糖、サイクラミン酸ナトリウムなどの甘味剤(0～1%、好ましくは0.01～0.5%)、更に必要によりp-ヒドロキシメチルベンゾイツクアシド、p-ヒドロキシエチルベンゾイツクアシド、p-ヒドロキシプロピルベンゾイツクアシド、p-ヒドロキシブチルベンゾイツクアシド、安息香酸ナトリウム、低級脂肪酸モノグリセライドなどの防腐剤、ウインターグリーン油、スベアミント油、ペパーミント油、サツサフラス油、丁字油、ユーカリ油などの香料、ゼラチン、ペプトン、アルギニン塩酸塩、アルブミン、カゼイン、二酸化チタン、シリコン、色素、その他の成分を配合し得る。

また、本発明の歯磨組成物には、アラントイン類、イプシロンアミノカプロン酸、トラネキサム酸、アキストラナーゼ、アミラーゼ、プロテアーゼ、ムタナーゼ、リゾチーム、溶菌酵素、リタックエンザイム等の酵素、モノフルオロリン酸ナト

12

昭54-34641、実開昭55-38783、実開昭56-46572、実開昭56-100378、実開昭56-121677、実開昭57-44041、実開昭57-74168、実開昭57-164079、特開昭57-68367、特開昭57-68368号公報などに記載のもの等が挙げられ、本発明歯磨組成物はこれら容器に充填されて好適に用いることができる。

次に実験例を示し、本発明の効果を具体的に説明する。

〔実験例〕

第1表に示す底1～底9の処方の練歯磨組成物を調製した。

次に、これらの練歯磨の粘度をBH型粘度計を用いて測定(25℃)すると共に、これら練歯磨を実開昭54-34641号公報記載の容器に充填し、この容器から押し出したときの保型性、曳糸性、押し出し易さを評価した。結果を第2表に示す。

14

第 1 表

	底 1	底 2	底 3	底 4	底 5	底 6	底 7	底 8	底 9
沈降性シリカ	25%	27%	29%	26%	23%	23%	23%	9%	37%
ポリエチレングリコール	4	4	4	4	4	4	4	4	4
グリセリン	25	25	25	25	25	25	25	25	25
ソルベツト	22	22	22	22	22	22	22	22	22
カルボキシメチルセルロースナトリウム	1	1	1	0.6	0.6	—	—	1	0.6
カラヤ—ナン	—	—	—	—	—	0.6	—	—	—
アルギン酸ナトリウム	—	—	—	—	—	—	0.6	—	—
モンモリロナイト (VEGUM HV®)	—	—	—	1	2	2	2	3	1
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
サツカリンナトリウム	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
メチルパラベン	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
香料	1	1	1	1	1	1	1	1	1
精製水	残	残	残	残	残	残	残	残	残
計	100.0%	100.0%	100.0%	100.0%	100.0%	100.0%	100.0%	100.0%	100.0%

第 2 表

	底1	底2	底3	底4	底5	底6	底7	底8	底9
粘度 (ポイズ, 25℃)	350	650	900	530	460	480	430	450	550
保型性	×	△	○	○	○	○	○	△	○
曳索性	×	△	○	○	○	△	△	△	○
押し出し易さ	○	△	×	○	○	○	○	○	△

但し、評価基準は下記の通りである。

評価基準

保型性

○：歯ブラシに良好に乗り、型がくずれない。

△：少し型がくずれる。

×

：歯ブラシより流れ易い。

曳索性

○：歯ブラシに乗せた場合、糸ひきがなく、
線切れがよい。

△：歯ブラシに乗せた場合、糸ひきが5cm未満。

×

：歯ブラシに乗せた場合、糸ひきが5cm以上。

押し出し易さ

16

サツカリナトリウム	0.1
香料	1
精製水	残
計	1 0 0.0 %
粘度	4 8 0 ポイズ
〔実施例2〕	
水酸化アルミニウム	3 2 %
プロピレングリコール	2
グリセリン	2 0
ソルビット	1 5
カルボキシメチルセルロースナトリウム	1
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5
メチルパラベン	0.1
モンモリロナイト (VEEGUM®)	2
サツカリナトリウム	0.1
香料	1
精製水	残
計	1 0 0.0 %
粘度	5 2 0 ポイズ

18

○：抵抗なく容器から練歯磨が出る。

△：容器から押し出す際やや抵抗を感じる。

×

：容器から押し出す際かなり抵抗を感じ、
押し出し難い。

第2表の結果より、モンモリロナイト及び研磨剤を本発明規定量範囲で配合し、粘度を600ポイズ以下に調整した歯磨組成物は、低粘度にもかかわらず保型性が良好である上、曳索性が良好であり、かつ容器から押し出し易いものであることが知見される。

以下、実施例を示す。

〔実施例1〕

第2リン酸カルシウム・2水和物	3 0 %
プロピレングリコール	2
グリセリン	2 0
ソルビット	1 0
カルボキシメチルセルロースナトリウム	1
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5
メチルパラベン	0.1
モンモリロナイト (VEEGUM HV®)	2

17

〔実施例3〕

沈降性シリカ	2 6 %
ポリエチレングリコール	4
グリセリン	2 3
ソルビット	2 0
カルボキシメチルセルロースナトリウム	1
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5
ラウリン酸ジエタノールアミド	0.5
二酸化チタン	0.1
メチルパラベン	0.1
モンモリロナイト (VEEGUM®)	0.5
サツカリナトリウム	0.1
香料	1
精製水	残
計	1 0 0.0 %
粘度	4 5 0 ポイズ

〔実施例4〕

沈降性シリカ	2 6 %
ポリエチレングリコール	4
グリセリン	2 0

19

ソルビット	1.5
カルボキシメチルセルロースナトリウム	1
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5
ラウリン酸ジエタノールアミド	0.5
メチルパラベン	0.1
モンモリロナイト (VEEGUM®)	1
サツカリンナトリウム	0.1
香料	1
精製水	残

計	100.0%
粘度	890ポイズ

〔実施例5〕

沈降性シリカ	2.4%
プロピレングリコール	3
グリセリン	1.5
ソルビット	3.0
カルボキシメチルセルロースナトリウム	1
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5
ラウリン酸ジエタノールアミド	0.5
二酸化チタン	0.1

20

計	100.0%
粘度	530ポイズ

〔実施例7〕

炭酸カルシウム	3.0%
プロピレングリコール	2
グリセリン	2.0
ソルビット	1.0
カルボキシメチルセルロースナトリウム	1
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5
二酸化チタン	0.1
メチルパラベン	0.2
モンモリロナイト (VEEGUM HV®)	2
サツカリンナトリウム	0.1
香料	1
精製水	残

計	100.0%
粘度	470ポイズ

実施例1～7の練歯磨は、いずれも保型性、曳糸性、押し出し易さの良好なものであり、実開昭54-34641号公報記載の容器に収容した場合にも

22

メチルパラベン	0.1
モンモリロナイト (VEEGUM HV®)	1
サツカリンナトリウム	0.1
香料	1
精製水	残

計	100.0%
粘度	420ポイズ

〔実施例6〕

沈降性シリカ	2.5%
ポリエチレングリコール	4
グリセリン	2.3
ソルビット	2.0
カルボキシメチルセルロースナトリウム	1
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5
ラウリン酸ジエタノールアミド	0.5
メチルパラベン	0.1
モンモリロナイト (VEEGUM HV®)	3
サツカリンナトリウム	0.1
香料	1
精製水	残

21

スムーズに押し出すことができた。

出願人 ライオン株式会社

代理人 弁理士 小島隆司

23